

**COSMETIC**

**Patent number:** JP10045523  
**Publication date:** 1998-02-17  
**Inventor:** SANO HIROMITSU; KURODA AKIHIRO  
**Applicant:** KANEBO LTD  
**Classification:**  
- international: A61K7/00; A61K7/02  
- european:  
**Application number:** JP19960224503 19960806  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP10045523**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a cosmetic having such characteristics that blots and other troubles on skin become unnoticeable and that uniform finish feeling of skin can be obtained.

**SOLUTION:** This cosmetic is obtained by surface-processing a mixture of lamellar barium sulfate and iron-containing titanium dioxide particulates with an N-acylated lysine to substantially fix the iron-containing titanium dioxide particulates on the surfaces of the lamellar barium sulfate. The cosmetic is also obtained by surface-processing a mixture of lamellar barium sulfate and iron-containing titanium dioxide particulates having average primary particle size of 5-100nm at a ratio of (95:5) to (30:70) with methylhydrogenpolysiloxane to substantially fix the iron-containing titanium dioxide particulates on the surfaces of the lamellar barium sulfate.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-45523

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月17日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/00			A 6 1 K 7/00	B
			7/02	P
// C 0 9 C 1/02	PAD		C 0 9 C 1/02	PAD
1/36	PAN		1/36	PAN
	PAX			PAX
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-224503

(22) 出願日 平成8年(1996) 8月6日

(71) 出願人 000000952

鐘紡株式会社

東京都墨田区墨田五丁目17番4号

(72) 発明者 佐野 宏充

神奈川県小田原市寿町5丁目3番28号 鐘

紡株式会社化粧品研究所内

(72) 発明者 黒田 章裕

神奈川県小田原市寿町5丁目3番28号 鐘

紡株式会社化粧品研究所内

(54) 【発明の名称】 化粧品

(57) 【要約】

【課題】 しみ等の肌のトラブルが目立ちにくく、かつ均一な仕上がり感が得られることを特徴とした化粧料を提供する。

【解決手段】 板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物をN-アシル化リジンにて表面処理した、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなることを特徴とする改質粉体を配合した化粧料、ならびに板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物を、メチルヒドロジェンポリシロキサンにて、それぞれの重量比で95:5～30:70の割合で表面処理した、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなることを特徴とする改質粉体を配合した化粧料。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物をN-アシル化リジンにて表面処理した、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなることを特徴とする改質粉体を配合した化粧料。

【請求項2】 板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物を、メチルヒドロジェンポリシロキサンにて、それぞれの重量比で95：5～30：70の割合で表面処理した、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなることを特徴とする改質粉体を配合した化粧料。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなることを特徴とする改質粉体を配合した化粧料に関する。さらに詳しくは、板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物を、N-アシル化リジンまたはメチルヒドロジェンポリシロキサンにて表面処理して得られる改質粉体を配合することで、しみ等の肌のトラブルが目立ちにくく、かつ均一な仕上がり感が得られることを特徴とした化粧料に関する。

**【0002】**

【従来の技術】粉体をN-アシル化リジンにて被覆することは、特開昭61-7207号公報、特開昭61-10503号公報、特開昭61-69709号公報、特開平5-186706号公報などにて知られている。また、粉体を多量のメチルヒドロジェンポリシロキサンにて被覆することは、特開平5-221828号公報などにて知られている。

【0003】しかしながら、従来の表面処理は、粉体の表面を改質することを目的とし、本発明のように母粒子に子粒子を固定化する目的では検討が行われていなかった。そのため、本発明のような、光学的に肌のトラブルを目立ちにくくする効果についての検討は実施されていなかった。

**【0004】**

【発明が解決しようとする課題】すなわち、本発明は、母粒子に子粒子を固定化した改質粉体を化粧料に配合することにより、しみ等の肌のトラブルを光学的に目立ちにくくすることを目的とする。

**【0005】**

【課題を解決するための手段】上記目的に対して、本発明者らは鋭意研究した結果、板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄含有微粒子酸化チタンの混合物を、N-アシル化リジンまたはメチルヒドロジェンポリシロキサンにて表面処理して得られる

改質粉体を配合することで、しみ等の肌のトラブルが目立ちにくく、かつ均一な仕上がり感が得られることを特徴とした化粧料が得られることを見だし、本発明を完成した。

**【0006】**

【発明の実施の形態】以下に、本発明の実施の形態を詳述する。

【0007】本発明で用いる板状硫酸バリウムは、その形状が板状または鱗片状であって、かつその長径方向の平均粒子径が、例えば1～30μmにある、硫酸バリウムが該当する。マイカなど硫酸バリウム以外の体質顔料を用いても本発明類似の効果は得られるが、板状硫酸バリウムを用いた場合に、本発明の光学特性が最も効果的に得られる特徴がある。

【0008】本発明で用いる鉄含有微粒子酸化チタンは、その平均一次粒子径として5～100nmの大きさを持つ。平均一次粒子径が5nm未満では触媒活性が強すぎる問題があり、また100nmを超えると板状硫酸バリウム上に鉄含有微粒子酸化チタンが良好に固定化できない問題がある。鉄含有微粒子酸化チタンの形状としては、球形状、棒状、紡錘状、不定形状、板状等が挙げられるが特に限定されない。微粒子酸化チタンに対して鉄を含有させる方法としては、例えば酸化チタンの表面に酸化鉄、水酸化鉄、有機鉄錯体などの鉄含有化合物をコーティングし、場合によって加熱や焼成する方法、また、酸化チタンを製造する際に鉄含有化合物を同時に導入する方法、さらに、イオンスプッター等の装置を用いて酸化チタンに鉄をドーピングする方法等が挙げられる。チタンに対する鉄の導入割合としては、チタン100モルに対して、鉄0.001～10モルの範囲が好ましい。鉄含有微粒子酸化チタンの色としては、一般に黄色、赤色、黒色がある。これらの内、黄色がしみ等の肌のトラブルを目立ちにくくする効果に優れることから好ましい。

【0009】板状硫酸バリウムと鉄含有微粒子酸化チタンの混合割合としては、それぞれの重量比で、99：0.1～65：35の範囲にあることが好ましい。鉄含有微粒子酸化チタンの混合割合がこの範囲内にあると、光学効果に優れ、また鉄含有微粒子酸化チタン特有の発色が強くなりすぎることもない。

【0010】本発明で用いるN-アシル化リジンとしては、炭素数8～22の脂肪族アシル基を1つ以上分子内に有するものであって、例としてはN-ラウロイルリジン、N-ミリスチルリジン、N-パルミトイルリジン、N-ステアシルリジン、N-ベヘニルリジン、N-カプリルリジン等が挙げられる。この内、感触に優れるN-ラウロイルリジンが特に好ましい。

【0011】N-アシル化リジンを用いた表面処理方法としては、例えばN-アシル化リジンのアルカリ性溶解液を作製し、これを酸性水系の粉体スラリーに、攪拌下

ゆっくりと滴下する方法、N-アシル化リジンのアルカリ性溶解液を粉体のスラリーに投入した後に酸性物質を攪拌下ゆっくりと滴下する方法などが挙げられる。なお、板状硫酸バリウムと鉄含有微粒子酸化チタンの混合方法としては、例えば、乾式ではヘンシェルミキサーやアトマイザーなどの混合機、粉碎機を用いて行っても、また、湿式では溶液中にて攪拌を行っても構わない。

【0012】本発明で用いる板状硫酸バリウムと鉄含有微粒子酸化チタンの混合物に対し、N-アシル化リジンをコーティングする割合としては、混合物とN-アシル化リジンとの重量割合で99:1~50:50の範囲にあることが好ましい。この範囲内にあると、鉄含有微粒子酸化チタンの固定化が十分となり、また、N-アシル化リジンの単独結晶が成長しすぎ、吸油量が増加し、感触が重くなるなどの問題が起こらない。

【0013】本発明で用いるメチルハイドロジェンポリシロキサンとしては、直鎖状または環状の化合物であって、その重合度が3~1000の範囲に入るものが好ましく、10~60の範囲にあるものがさらに好ましい。なお、メチルハイドロジェンポリシロキサン以外にジメチルシロキサンの骨格が導入されていても構わないが、加熱時の反応性が悪くなることから全珪素数に対するジメチルシロキサン数の割合が7割未満となることが好ましい。

【0014】本発明のメチルハイドロジェンポリシロキサンを用いた処理では、加熱処理が必要である。加熱処理の条件としては、例えば70~200℃にて、1~100時間が挙げられる。

【0015】本発明で、上記板状硫酸バリウムと鉄含有微粒子酸化チタン混合物に対するメチルハイドロジェンポリシロキサンの混合割合は、それぞれの重量比にて95:5~30:70の範囲にある。メチルハイドロジェンポリシロキサンの割合が5未満では粉体がそれぞれ単独で表面処理されてしまい、固定化が不十分となる問題があり、また、70を超えると粉体の絶対量が不足するため、光学効果が不十分となる問題がある。

【0016】上記混合物をメチルハイドロジェンポリシロキサンで処理する方法としては、例えば、該混合物とメチルハイドロジェンポリシロキサンを乾式で混合し、加熱処理する方法や、溶剤を用いて両者を混合した後に溶剤を留去し、さらに加熱処理する方法等が挙げられる。

【0017】本発明の改質粉体では、上記の方法により、母粒子表面に子粒子が実質的に固定されていれば、従来化粧品で用いられる油剤や粉体等が同時に粉体表面に存在していても構わない。子粒子である鉄含有微粒子酸化チタンが実質的に固定された場合、色の発色性がより均一となり、また微粒子粉体特有の摩擦感が緩和される特徴が保たれる。

【0018】本発明の化粧料における改質粉体の配合割

合としては、その重量比で0.1~99%が挙げられる。本発明で言う、実質的に板状硫酸バリウム表面に鉄含有微粒子酸化チタンを固定してなる改質粉体とは、例えば、走査型電子顕微鏡で観察した場合に、鉄含有微粒子酸化チタンの個数の7割以上が板状硫酸バリウム上に認められる様な改質粉体を指す。

【0019】本発明の化粧料では、上記の粉体以外に、通常化粧料に用いられる油剤、粉体（顔料、色素、樹脂）、フッ素化合物、樹脂、界面活性剤、粘剤、防腐剤、香料、紫外線吸収剤（有機系、無機系を含む。UV-A、Bのいずれに対応していても構わない）、保湿剤、生理活性成分、塩類、溶媒、酸化防止剤、キレート剤、中和剤、pH調整剤等の成分を同時に配合することができる。

【0020】本発明で用いる粉体としては、例えば赤色104号、赤色201号、黄色4号、青色1号、黒色401号等の色素、黄色4号A1レーキ、黄色203号Baレーキ等のレーキ色素、ナイロンパウダー、シルクパウダー、ウレタンパウダー、テフロンパウダー、シリコンパウダー、セルロースパウダー等の高分子、黄酸化鉄、赤色酸化鉄、黒酸化鉄、酸化クロム、カーボンブラック、群青、紺青等の有色顔料、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム等の白色顔料、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン等の体質顔料、雲母チタン等のパール顔料、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム等の金属塩、シリカ、アルミナ等の無機粉体、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄、アルミナ処理微粒子酸化チタン、シリカ処理微粒子酸化チタン、ベントナイト、ス멕タイト等が挙げられる。これらの粉体の形状に特に制限はない。

【0021】油剤の例としては、セチルアルコール、イソステアリルアルコール、ラウリルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オクチルドデカノール等の高級アルコール類、イソステアリン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸等の脂肪酸類、グリセリン、ソルビトール、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール等の多価アルコール類、ミリスチン酸ミリスチル、ラウリン酸ヘキシル、オレイン酸デシル、ミリスチン酸イソプロピル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、モノステアリン酸グリセリン、フタル酸ジエチル、モノステアリン酸エチレングリコール、オキシステアリン酸オクチル等のエステル類、流動パラフィン、ワセリン、スクワラン等の炭化水素類、ラノリン、還元ラノリン、カルナバロウ等のロウ類、ミンク油、カカオ脂、ヤシ油、パーム核油、ツバキ油、ゴマ油、ヒマシ油、オリーブ油等の油脂類、エチレン・ $\alpha$ -オレフィン・コオリゴマー等が挙げられる。

【0022】また、別の形態の油剤の例としては、例えばジメチルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリ

シロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、フルオロアルキル・ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサン、アルキル変性オルガノポリシロキサン、末端変性オルガノポリシロキサン、フッ素変性オルガノポリシロキサン、アモジメチコーン、アミノ変性オルガノポリシロキサン、シリコーンゲル、アクリルシリコーン、トリメチルシロキシケイ酸、シリコーンRTVゴム等のシリコーン化合物、パーフルオロポリエーテル、フッ化ピッチ、フルオロカーボン、フルオロアルコール等のフッ素化合物が挙げられる。

【0023】界面活性剤としては、例えばアニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、両性界面活性剤を用いることができる。

【0024】有機系紫外線吸収剤としては、例えばパラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、パラジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシル、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-硫酸、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、p-メトキシヒドロキソ皮酸-ジエタノールアミン塩、パラアミノ安息香酸（以後、PABAと略す）、エチルヒドロキシプロピルPABA、グリセリルPABA、サリチル酸ホモメンチル、メチル-O-アミノベンゾエート、2-エチルヘキシル-2-シアノ-3,3-ジフェニルアクリレート、オクチルジメチルPABA、メトキシケイ皮酸オクチル、サリチル酸オクチル、2-フェニルベンズイミダゾール-5-硫酸、サリチル酸トリエタノールアミン、3-(4-メチルベンジリデン)カンフル、2,4-ジヒドロキシベンゾフェニン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-N-オクトキシベンゾフェノン、4-イソプロピル-ジベンズイルメタン、ブチルメトキシジベンズイルメタン、4-(3,4-ジメトキシフェニルメチレン)-2,5-ジオキソ-1-イミダゾリジンプロピオン酸-2-エチルヘキシル等が挙げられる。

【0025】本発明で用いる溶媒としては、環状シリコーン、エタノール、軽質流動イソパラフィン、低級アルコール、エーテル類、LPG、フルオロカーボン、N-メチルピロリドン、フルオロアルコール、揮発性直鎖状シリコーン等が挙げられる。

【0026】本発明の化粧料としては、ファンデーション、白粉、アイシャドウ、チーク、口紅等のメイクアップ化粧料、乳液、クリーム、サンスクリーン剤等の基礎化粧料等が挙げられる。

【0027】

【実施例】以下、実施例および比較例によって本発明を詳細に説明する。

【0028】官能特性試験

女性20名によって、試験品の仕上りの均一感、肌のトラブルの見えにくさ、感触のなめらかさについて、官能特性試験を実施した。評価は5点法で実施し、点数が高いほど評価が高く、また点数が低いほど評価が悪いものとして行った。20名の点数を合計して平均点を得、平均点の高低から試験品を評価した。

【0029】製造例1

鉄ドーピング微粒子酸化チタン（平均粒子径35nm、黄色）20重量部と板状硫酸バリウム75重量部をミキサーを用いて混合した。これに精製水250重量部を加え、攪拌してスラリーAを得た。次に、N-アシル化リジン的一种であるN-ラウロイル-L-リジン（味の素製、アミホープLL）5重量部を5N水酸化ナトリウム13量部、精製水80重量部の混合溶液に溶解させた溶解液Bを作製した。スラリーAを激しく攪拌しながら、ゆっくりと溶解液Bを滴下した（滴下時間30分）。滴下終了後、6N塩酸を用いてpHを7.0に調整し、さらに30分間攪拌した。次いで、得られたスラリーをろ過した後、精製水を加え、脱塩を繰り返し、塩分計を用いて塩化ナトリウム濃度が0.01%以下になるように調整した。得られた粉体を、送風気流型乾燥機を用いて、85℃にて12時間乾燥した後、125℃にて5時間加熱し、滅菌した。そして、ミキサーを用いて粉碎を行い、目的とする改質粉体（処理濃度5%）を得た。

【0030】製造例2

鉄ドーピング微粒子酸化チタン（平均粒子径35nm、黄色）20重量部と板状硫酸バリウム70重量部をミキサーを用いて混合した。ここに、メチルヒドロジェンポリシロキサン10重量部を投入し、さらにゆっくりと混合した。得られた粉体を190℃にて、25時間加熱して目的とする改質粉体（処理濃度10%）を得た。

【0031】実施例1（ファンデーション）

表1に示す処方に従ってファンデーションを作製した。なお、改質粉体としては製造例1で作製したものを使用した。また、配合量は重量%である。

【0032】

【表1】

配 合 成 分	配合量
成分A	
ベンガラ	1.0
黄酸化鉄	3.0
黒酸化鉄	0.5
酸化チタン	10.0
マイカ	20.0
タルク	20.0
セリサイト	30.5
改質粉体	5.0
成分B	
ワセリン	3.0
流動パラフィン	4.0
ジメチルポリシロキサン	3.0

【0033】成分Aをミキサーを用いて混合した。成分Bを均一に溶解して、混合した成分Aに投入し、さらに混合した後、ミキサーを用いて粉碎し、金型を用いて金皿に打型して製品を得た。

【0034】実施例2（ファンデーション）

実施例1で用いた製造例1の改質粉体の代わりに、製造例2で作製した改質粉体を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

【0035】比較例1（ファンデーション）

実施例1で用いた製造例1の改質粉体の代わりに、微粒子酸化チタン（平均粒子径35nm）を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

【0036】比較例2（ファンデーション）

実施例1で用いた製造例1の改質粉体の代わりに、製造例1で使用したものと同一の鉄含有微粒子酸化チタン（平均粒子径35nm）を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

【0037】比較例3（ファンデーション）

実施例1で用いた製造例1の改質粉体の代わりに、製造例1で使用したものと同一の板状硫酸バリウムを用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

【0038】比較例4（ファンデーション）

実施例1で用いた製造例1の改質粉体の代わりに、鉄ドーピング微粒子酸化チタン（平均粒子径35nm、黄色）20重量部、板状硫酸バリウム75重量部、N-ラウロイル-L-リジン5重量部をミキサーで混合した混合粉体を用いた他は全て実施例1と同様にして製品を得た。

【0039】表2に実施例および比較例の評価結果を示す。

【0040】

【表2】

	仕上りの均一感	肌のトラブルの見えにくさ	感触のなめらかさ
実施例1	4.3	4.0	4.3
実施例2	3.9	4.2	4.6
比較例1	2.7	4.6	2.4
比較例2	3.2	4.4	2.3
比較例3	3.9	2.8	4.9
比較例4	3.3	3.5	3.0

【0041】表2の結果より、実施例は比較例と比べて、各項目全てにおいて優れた性能を有していることが判る。これに対して比較例は、成績の良い試験項目もあるが、いずれかの項目において悪い例が認められた。

【0042】

【発明の効果】以上のことから、本発明は、板状硫酸バリウムと平均一次粒子径が5～100nmの範囲にある鉄

含有微粒子酸化チタンの混合物を、N-アシル化リジンまたはメチルヒドロジェンポリシロキサンにて表面処理して得られる改質粉体を配合することで、しみ等の肌のトラブルが目立ちにくく、かつ均一な仕上がり感が得られることを特徴とした化粧料を提供することは明かである。